

03/06 2008 TUE 15:45 FAX 01932782388 +++ nixon vanderhye

007/009

Details for CN 1338450 A**Title**

Process for refining toluene containing nitrogen impurities

Patent Assignee

(CHPE-N) CHINESE PETRO CHEM CO LTD; (CHPE-N) CHINESE PETROLEUM & CHEM CORP

Inventor

DUAN Q; GU K; YANG M

Accession Number

2002-372866 [41] WPIX

Abstract

CN 1338450 A UPAB: 20060202

NOVELTY - A process for refining toluene containing nitrogen impurities features that said toluene is in contact with sulfonate-type cationic exchange resin layer at ordinary temp-80 deg.C and linear speed lower than 10 m/hr to remove said impurities.

ADVANTAGE - Advantages include high effect and low cost.

Patent Information

PATENT NO.	KIND	DATE	WEEK	LA	PG	MAIN IPC
CN-----1338450	A	20020308	(200241)*	ZH		
CN-----1142127	C	20040317	(200577)	ZH		

Priority Application Information

Application Number	Date
2000CN-000121652	20000811

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl.⁷

C07C 15/06

C07C 7/12

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00121552.3

[43]公开日 2002年3月6日

[11]公开号 CN 1338450A

[22]申请日 2000.8.11 [21]申请号 00121552.3

[71]申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 100029 北京市朝阳区惠新东街甲6号

共同申请人 中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院

[72]发明人 段启伟 顾侃英 杨明彪

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 徐舒 庞立志

权利要求书1页 说明书4页 附图页数0页

[54]发明名称 含氮杂质甲苯的精制方法

[57]摘要

本发明公开了一种含有含氮杂质的甲苯的精制方法,该方法是将含有含氮杂质的甲苯在室温至80℃,线速低于10.0米/小时的条件下与磺酸型阳离子交换树脂层接触以除去其中的含氮杂质。该方法具有效果好,操作简单,成本低的优点。

ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版

权利要求书

- 1、一种含有含氮杂质的甲苯的精制方法，其特征在于将含有含氮杂质的甲苯在室温至 80℃，线速低于 10.0 米/小时的条件下与阳离子交换树脂层接触。
- 2、按照权利要求 1 所述的方法，其特征在于将含有含氮杂质的甲苯在温度 40-60℃，线速为 4-6 米下与阳离子交换树脂层接触。
- 3、按照权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述的阳离子交换树脂为磺酸型阳离子交换树脂。
- 4、按照权利要求 3 所述的方法，其特征在于所述的磺酸型阳离子交换树脂为苯乙烯系离子交换树脂。
- 5、按照权利要求 4 所述的方法，其特征在于所述的苯乙烯系离子交换树脂为大孔型离子交换树脂。
- 6、按照权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述的阳离子交换树脂在使用前需将储存型转换为氢型，其处理步骤为：将储存型阳离子交换树脂在室温下用去离子水浸泡 24 小时以上，再用体积为离子交换树脂体积 4-5 倍、浓度为 3-4（重）% 的盐酸溶液流经离子交换树脂 1-2 小时，然后用去离子水淋洗树脂到洗出液的 PH 值为 6-7。



含氮杂质甲苯的精制方法

本发明是关于一种含有含氮杂质的甲苯的精制方法。

目前，采用甲酰基吗啉作为溶剂的芳烃抽提工艺中，所得的甲苯产物中含有吗啉、甲酰基吗啉等有机氮类杂质，它们以含氮量计，大于 $10\mu\text{g/g}$ ，这样高的氮类杂质含量会使下游工艺的催化剂中毒，因此必须通过精制方法将它们从甲苯中去除，使精制后甲苯的含氮量降为低于 $1\mu\text{g/g}$ 。

目前，对于含有含氮杂质的甲苯的精制普遍采用水洗和白土精制两种方法。

水洗需耗费大量的水资源，不仅能量损耗大，而且水洗产生的含氮污水也需要进一步处理。

白土精制方法是按时间分阶段进行增温运行的，白土每 3~6 个月就必须更换，这不仅增加了操作工人的操作复杂性及劳动强度，而且更换下来的大量废白土也存在三废的处理问题。

本发明的目的是提供一个操作简便，污染少，成本低的精制含有含氮杂质的甲苯的新方法。

本发明提供的精制方法是将含有含氮杂质的甲苯在室温至 80°C ，线速低于 10.0 米/小时的条件下与阳离子交换树脂层接触。

本发明中所说的精制条件优选温度 $40\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，线速为 $4\sim 6$ 米/小时。

在本发明中所说的阳离子交换树脂为含有磺酸基 ($-\text{SO}_3\text{H}$) 的磺酸型阳离子交换树脂，优选苯乙烯系-磺酸型离子交换树脂，其中更优选大孔的苯乙烯系-磺酸型离子交换树脂。

市售的阳离子交换树脂一般为储存型，它们在使用前需经过预处理，使其由储存型变为氢型，其预处理步骤如下：

将储存型阳离子树脂在室温下用去离子水浸泡 24 小时以上，再用体积为离子交换树脂体积 4-5 倍、浓度为 3-4 (重) % 的盐酸溶液流经离子交换树脂 1-2 小时，然后用去离子水淋洗树脂到洗出液的 PH 值为 6-7。

所述的阳离子交换树脂在经使用失去活性后，可经再生继续使用，其再生方法与树脂的预处理方法相同。

本发明的方法具有如下优点：

(1) 效果好，可使甲苯中有机氮含量从 $50\mu\text{g/g}$ 降为低于 $1\mu\text{g/g}$ 。

00.08.11

(2) 操作简单、方便。

(3) 阳离子交换树脂可反复再生，多次使用，从而降低了精制成本。

以下将用实例对本发明作进一步的说明，但本发明的内容并不受这些实例的限制。

在实例中，甲苯样品中杂质氮含量由中华人民共和国石油化工行业标准 SH/T0657-1998 液体石油烃中痕量氮测定法测定。

实例 1-7

以下实例说明用本发明方法处理含有吗啉杂质的甲苯样品的过程。

取大孔磺酸型阳离子交换树脂（南开大学化工厂产品，型号为 D001）30 克，用去离子水浸泡 30 小时，装于玻璃柱内，用 4 倍体积的 4（重）% 的盐酸溶液通过树脂 1 小时，将其转换为氢型，然后用去离子水淋洗树脂至洗出液 pH 为 6.0-7.0 时，停止淋洗，用氮气将水除净。

将含有以氮含量计为 $53 \mu\text{g/g}$ 吗啉杂质的甲苯在不同条件下通过离子交换柱。处理条件及处理后甲苯中的氮含量见表 1。

实例 8-14

以下实例说明用本发明方法处理含有甲酰基吗啉杂质的甲苯样品的过程。

取大孔磺酸型阳离子交换树脂（南开大学化工厂产品，型号为 D001）30 克，用去离子水浸泡 25 小时，装于玻璃柱内，用 4 倍体积的 4（重）% 的盐酸溶液通过树脂 1 小时，将其转换为氢型，然后用去离子水淋洗树脂至洗出液 pH 为 6.0-7.0 时，停止淋洗，用氮气将水除净。

将含有以氮含量计为 $37 \mu\text{g/g}$ 甲酰基吗啉杂质的甲苯在不同条件下通过离子交换柱。处理条件和处理后甲苯中的氮含量见表 2。

00:08:11

表 1

实例	处理条件	氮含量 ($\mu\text{g/g}$)
1	室温、2 米/小时	0.33
2	40℃、4 米/小时	0.43
3	40℃、6 米/小时	0.62
4	40℃、8 米/小时	0.82
5	50℃、6 米/小时	0.52
6	60℃、6 米/小时	0.34
7	80℃、6 米/小时	0.31

表 2

实例	处理条件	氮含量
8	室温、2 米/小时	0.24
9	40℃、4 米/小时	0.33
10	40℃、6 米/小时	0.48
11	40℃、8 米/小时	0.64
12	50℃、6 米/小时	0.38
13	60℃、6 米/小时	0.35
14	80℃、6 米/小时	0.30

实例 15-21

以下实例说明用本发明方法处理含有吗啉和甲酰基吗啉杂质的甲苯样品的过程。

取大孔磺酸型阳离子交换树脂（南开大学化工厂产品，型号为 D001）30 克，用去离子水浸泡 30 小时，装于玻璃柱内，用 4 倍体积的 4（重）%的盐酸溶液通过树脂 1 小时，将其转换为氢型，然后用去离子水淋洗树脂至洗出液 pH 为 6.0-7.0 时，停止淋洗，用氮气将水除净。

00:08:11

将以含氮量计，含有 $26\mu\text{g/g}$ 吗啉和 $19\mu\text{g/g}$ 甲酰基吗啉杂质的甲苯在不同条件下通过交换柱。处理条件和处理后甲苯中的氮含量见表 3。

表 3

实例	处理条件	氮含量
15	室温、2 米/小时	0.29
16	40℃、4 米/小时	0.38
17	40℃、6 米/小时	0.55
18	40℃、8 米/小时	0.73
19	50℃、6 米/小时	0.45
20	60℃、6 米/小时	0.34
21	80℃、6 米/小时	0.31

实例 22-28

这些实例说明采用凝胶型苯乙烯系磺酸基树脂的精制效果。

采用实例 1 的方法处理阳离子交换树脂（南开大学化工厂产品，型号 001×7）30 克后，将含有以氮含量计为 $53\mu\text{g/g}$ 吗啉杂质的甲苯在不同条件下通过交换柱。处理条件及处理后甲苯中的氮含量见表 4。

表 4

实例	处理条件	氮含量 $\mu\text{g/g}$
22	室温、2 米/小时	0.37
23	40℃、4 米/小时	0.48
24	40℃、6 米/小时	0.67
25	40℃、8 米/小时	0.90
26	50℃、6 米/小时	0.61
27	60℃、6 米/小时	0.52
28	80℃、6 米/小时	0.42